# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/004960

International filing date: 18 March 2005 (18.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP

Number: 2004-079338

Filing date: 19 March 2004 (19.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 12 May 2005 (12.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application: 2004年 3月19日

出 願 番 号

 Application Number:
 特願2004-079338

バリ条約による外国への出願 に用いる優先権の主張の基礎 となる出願の国コードと出願 番号

The country code and number of your priority application, to be used for filing abroad under the Paris Convention, is JP2004-079338

出 願 人

三井化学株式会社

Applicant(s):

2005年 4月20日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office ) · ")



【書類名】 特許願 【整理番号】 P 0 0 0 3 0 5 9 【あて先】 特許庁長官殿 【国際特許分類】 C09J 7/02【発明者】 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内 【氏名】 相原 伸 【発明者】 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内 【住所又は居所】 【氏名】 尾▲崎▼ 勝敏 【発明者】 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内 【氏名】 森 亮二 【発明者】 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 【住所又は居所】 三井化学株式会社内 【氏名】 益巳 猿 渡 【発明者】 千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内 【住所又は居所】 【氏名】 横山 孝 【特許出願人】 【識別番号】 000005887 【氏名又は名称】 三井化学株式会社 【代表者】 中西 宏幸 【手数料の表示】 【予納台帳番号】 005278 【納付金額】 21,000円 【提出物件の目録】 【物件名】 特許請求の範囲 【物件名】 明細書

図面

要約書

【物件名】

【物件名】

# 【書類名】特許請求の範囲

#### 【請求項1】

基材層の少なくとも片面に粘着層が積層されている粘着フィルムであって、粘着層が、次の(a)~(c)によって特徴づけられる粘着フィルム。

- (a) 少なくとも一種のオレフィン系重合体を含有すること
- ( b )示差走査熱量分析試験による測定において、融解温度Tmが $120\sim180$ Cの範囲に存在し、融解熱 $\Delta H$ が少なくとも1 **J**/g であること
- ( c ) 粘弾性試験による測定において、  $20\sim80$   $\mathbb C$  の温度範囲における貯蔵弾性率  $\mathbb G'$  が 0 .  $1\sim50$  MP a の範囲にあり、  $20\sim80$   $\mathbb C$  の温度範囲における損失係数  $\tan\delta$  が 少なくとも 0 . 1 であること

# 【請求項2】

前記のオレフィン系重合体が、シンジオタクティックあるいはアイソタクティックである立体規則性を示すプロピレン成分90~60モル%と、エチレンおよび炭素原子数4~12のオレフィンから選ばれる1種または2種以上のオレフィン成分10~40モル%を重合させてなる立体規則性プロピレン・オレフィン共重合体(PX)であることを特徴とする請求項1に記載の粘着フィルム。

#### 【請求項3】

更にオレフィン系重合体として前記の立体規則性プロピレン・オレフィン共重合体 (PX) と同じ立体規則性を有するポリプロピレン (PY) とを含み、該重合体の比  $\{(PX)/(PY)\}$  が重量比で  $99/1\sim40/60$  の範囲であることを特徴とする請求項 2 に記載の粘着フィルム。

# 【請求項4】

純水抽出法で測定される各イオン種のイオン含有率の合計が、1 ppm以下あることを特徴とする請求項1に記載の粘着フィルム。

# 【請求項5】

基材層と粘着層が共押出成形法によって成膜されていることを特徴とする請求項1に記載の粘着フィルム。

# 【請求項6】

表面保護用途、薬液処理用途、加熱処理用途、研削用途、研磨用途、切断加工用途及び輸送保管用途から選ばれる1種または2種以上を組み合わせた用途に使用することを特徴とする請求項1~5のいずれか一項に記載の粘着フィルムの使用方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】粘着フィルム及びその使用方法

【技術分野】

 $[0\ 0\ 0\ 1]$ 

本発明は、粘着フィルムに関する。また、粘着フィルムを用いた使用方法に関する。

# 【背景技術】

# [0002]

ポリ塩化ビニル、PET、ポリイミド、ポリオレフィンなど基材フィルムに、アクリル系 粘着剤あるいはゴム系粘着剤を塗布した様々なタイプの粘着フィルムが開発されている。 従来からの粘着フィルムでは、アクリル系共重合体をイソシアネート化合物やメチロール 化合物などの反応性材料で架橋して凝集力を高めたアクリル系粘着剤や、天然ゴムや変性 天然ゴムに粘着付与剤など低分子量材料を配合したゴム系粘着剤である。アクリル系粘着 剤では、反応性材料や未反応アクリル酸などの影響により、被着体への糊残りや変質が発 生し易い問題がある。また、ゴム系粘着剤では、粘着性付与剤などの低分子量材料により 、糊残りを発生し易い問題があった。

#### [0003]

松岡著「日立化成テクニカルレポート、32、7-14 (2002)」(非特許文献 1)において、高性能、高機能が要求されるディスプレイ関連で使用される表面保護用粘着フィルムについて説明している。その中で、液晶(LCD)に使用されるプリズムシートの表面保護用粘着フィルムとして、凹凸のあるプリズムシート表面から剥がれないことと、用済み後は容易に剥がれることの要求特性を満足させた粘着フィルム製品が報告されている。また、嶋根外著「日立化成テクニカルレポート、41、23-26 (2003)」(非特許文献 2)において、 50~100  $\mathbb C$ の範囲でせん断弾性率  $\mathbb G$  'が約 2 ~ 3 MP a 程度で安定している粘着フィルムが報告されている。 80  $\mathbb C$  加熱下 7 日後で粘着力の上昇を約 1 . 3 ~ 1 . 4 倍に抑制し、光学機能シート用など高性能、高機能が要求される粘着フィルムの開発事例が紹介されている。

# $[0\ 0\ 0\ 4\ ]$

# [0005]

また、特開平11-315175号公報(特許文献2)において、シンジオタクティック/アタクティクブロックポリプロピレンおよびその使用方法を提案している。しかしながら、粘着フィルムに関して示されていない。

#### [0006]

また、特開平7-233354 号公報(特許文献3)において、粘着層が、結晶化度が10%以下である炭素原子数 $2\sim12$  の $\alpha$  ーオレフィン共重合体からなる粘着フィルムについて提案している。常温での初期粘着強度が高く、貼り付け後での粘着強度の経時変化が少ない特長を有し、金属板、樹脂板、あるいはガラス板の表面保護用途に好適であり、運搬や貯蔵期間中を想定した加温加熱下経時の粘着強度変化が無いことを開示している。しかしながら、性能や品質に対する要求が厳しい電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において表面保護用途、輸送保管用途以外の様々な用途で求められる性能と品質に関しては示されていない。

【特許文献1】特開2003-213485号公報

【特許文献2】特開平11-315175号公報

【特許文献3】特開平7-233354号公報

【非特許文献1】 松岡 寛:日立化成テクニカルレポート,32,7-14(2002)

【非特許文献2】嶋根 外:日立化成テクニカルレポート,41,23-26(2003)

# 【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

 $[0\ 0\ 0\ 7]$ 

本発明は、光や熱、さらに各種薬品にも優れた安定性を示す粘着フィルムを提供することを目的とする。また、本発明は、性能や品質に対する要求が厳しい電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において表面保護用途、輸送保管用途、薬液処理用途、加熱処理用途、研削研磨用途、切断加工用途で求められる性能と品質を併せ持つ粘着フィルム及びその使用方法を提供することを目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

[0008]

前記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、特定の熱特性と粘弾性を有するオレフィン系重合体を粘着層に含む粘着フィルムが、低温での貼り付け性と耐熱特性の相反する特性を併せ持ち、かつオレフィン系重合体は反応性成分を実質的に含まないので光や熱、さらにメッキ液やエッチング液などの液体薬品に対して優れた安定性を有することを見出した。また、当該粘着フィルムの使用方法において、電子・半導体材料、光学・表示材料等の各種用途で単独或いは複数に使われても、糊残り汚染が実質的に無く再剥離した後、被着体に要求される性能や品質を満足することが出来ることを見出し、本発明に至った。

即ち、本発明は、

- (1) 基材層の少なくとも片面に粘着層が積層されている粘着フィルムであって、粘着層が、次の(a)~(c)によって特徴づけられる粘着フィルム。
- (a) 少なくとも一種のオレフィン系重合体を含有すること
- ( b )示差走査熱量分析試験による測定において、融解温度Tmが $120\sim180$ Cの範囲に存在し、融解熱 $\Delta H$ が少なくとも1 J/g であること
- ( c ) 粘弾性試験による測定において、  $20 \sim 80$   $\mathbb C$  の温度範囲における貯蔵弾性率 G' が 0 .  $1 \sim 50$  M P a の範囲にあり、  $20 \sim 80$   $\mathbb C$  の温度範囲における損失係数 tan  $\delta$  が 少なくとも 0 . 1 であること
- (2) 前記のオレフィン系重合体が、シンジオタクティックあるいはアイソタクティックである立体規則性を示すプロピレン成分90~60モル%と、エチレンおよび炭素原子数4~12のオレフィンから選ばれる1種または2種以上のオレフィン成分10~40モル%を重合させてなる立体規則性プロピレン・オレフィン共重合体(PX)であることを特徴とする(1)に記載の粘着フィルム。
- (3) 更にオレフィン系重合体として前記の立体規則性プロピレン・オレフィン共重合体 (PX) と同じ立体規則性を有するポリプロピレン (PY) を含有し、該重合体の比  $\{(PX)/(PY)\}$  が重量比で  $99/1\sim40/60$  の範囲であることを特徴とする  $\{(PX)\}$  が が重量比で  $99/1\sim40/60$  の範囲であることを特徴とする  $\{(PX)\}$  が が が は こと で は の お 着 フィルム 。
- (4) 純水抽出法で測定されるイオン含有率の合計が、lppm以下あることを特徴とする(1)に記載の粘着フィルム、
- (5) 基材層と粘着層が共押出成形法によって成膜されていることを特徴とする(1) に記載の粘着フィルム、
- (6) 表面保護用途、薬液処理用途、加熱処理用途、研削研磨用途、切断加工用途、輸送保管用途から選ばれる1種または2種以上を組み合わせた用途に使用することを特徴とする(1)~(5)のいずれか一項に記載の粘着フィルムの使用方法。 である。

# 【発明の効果】

[0009]

本発明の粘着フィルムは、良好な粘着特性と耐熱性を有する。すなわち、短期間であれば融解温度Tm近くの高温耐熱性を有し、長期間にわたる輸送・保管や加圧下での使用を想定した耐熱安定性も併せ持つ粘着フィルムを提供することができる。さらに、本発明の粘着フィルムは、酸やアルカリなどの耐薬品性に優れる点、環境に易しい材料で構成される点、省エネルギー性に優れる点、光安定性に優れる点、透明性に優れる点、多種多様な特性を持ち他材料と複合化により機能を付与し易い点、腐食性イオンや金属イオンを実質的に含まない点も併せ持つことから、高い性能と品質が要求される電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において好適な粘着フィルムを提供することができ、本発明の工業的意義は大きい。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### $[0\ 0\ 1\ 0\ ]$

以下、本発明の粘着フィルムについて、添付図面を参照して具体的に説明する。なお、全ての図において同一又は相当部分については、同一の符号を付すこととする。

図1は、基材層1と、基材層1の表面に積層された粘着層2とからなる本発明の粘着フィルムの一例を示す断面図である。

図2は、中間層3と外層4からなる基材層1と、中間層3の片面に積層された粘着層2とからなる本発明の粘着フィルムの一例を示す断面図である。

図3は、本発明の粘着フィルムの、他の実施形態を示す断面図である。同図に示すように、本発明の粘着フィルム10は、基材層1と、基材層1の表面に積層された粘着層2と、粘着層2側に剥離フィルム5が設けられる。

図4は、本発明の粘着フィルムの、他の実施形態を示す断面図である。同図に示すように、本発明の粘着フィルム10は、中間層3と外層4からなる基材層1と、中間層3の表面に積層された粘着層2とからなり、その粘着層2側に、剥離フィルム5が設けられる。

図5は、本発明の粘着フィルム10をそのままロール6に巻いて保管される状態を示す 斜視図であり、図6は、本発明の粘着フィルム10の粘着層側に剥離フィルム5を貼り付けて、ロール6に巻いて保管される状態を示す斜視図である。

# 

本発明の粘着フィルム10は、オレフィン系重合体を含む粘着層を有する粘着フィルム10である。オレフィン系重合体は、一般的に劣化因子になりうる腐食性イオンや金属イオンなどが混入し難い性質を持ち、環境への負荷が低くかつ低価格であることから、本発明の粘着フィルム10に適した性質を備えている。尚、本発明においてオレフィン系重合体とは、オレフィン単独重合体、共重合体、ブロック共重合体、それらの二成分以上からなるオレフィン系重合体組成物の意を含むことがある。また、本発明では、エチレンは $\alpha$ -オレフィンの1種と見なす。

#### $[0\ 0\ 1\ 2]$

オレフィン系重合体としては、具体的には、エチレン系共重合体が上げられる。より具体的には、低密度ポリエチレン、直鎖状低密度ポリエチレン、中密度ポリエチレン、高密度ポリエチレンの他、炭素数3~20の $\alpha$  - オレフィン、スチレン、酢酸ビニル、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステル等の各種ビニル化合物をコモノマーとするエチレン系共重合体等が挙げられる。

#### $[0\ 0\ 1\ 3]$

また、プロピレン単独重合体、プロピレンとエチレン或いは炭素数  $4 \sim 2000 \alpha$  ーオレフィンとを共重合したプロピレン系共重合体が挙げられる。このプロピレン系重合体はランダム共重合体でもブロック共重合体でも良い。ブテン、4 ーメチルペンテン等の炭素数 4 以上の $\alpha$  ーオレフィンの重合体を挙げることができるが、本発明のオレフィン系重合体は上記化合物に限定されるものでない。また、上記の重合体は単独でも、2 種以上を組み合わせて用いることもできる。

#### $[0 \ 0 \ 1 \ 4]$

これらの中でも、オレフィン系重合体としては、炭素原子数  $2 \sim 1 \ 2 \ on \ \alpha -$ オレフィンから選ばれる少なくとも 2 種の  $\alpha -$ オレフィンを主な単位成分とする  $\alpha -$ オレフィン共重

合体を含むことが、粘着性を発現する点で好ましい。粘着性とは、常温域で液体的性質と固体的性質の両方を併せ持つ粘弾性から現れる性質である。すなわち、貼り付ける時は低速変形のため粘性的性質が支配的になり、粘性的性質は被着体の凹凸に対する密着性に影響し、剥がそうとする場合は高速変形のため、弾性的性質が支配的になり、弾性的性質は被着体への接合力に影響する。

# [0015]

#### $[0\ 0\ 1\ 6]$

前記の通り、本発明の粘着フィルム10に用いられるオレフィン系重合体は、2種類以上を組み合わせても使用することもできる。特に耐熱性を重視する場合は、結晶性のオレフィン系重合体と、粘着性に優れた組成のオレフィン系重合体との組成物とすることが好ましい形態である。この様な組成物は、勿論、オレフィン系ブロック共重合体であっても良い。

#### $[0\ 0\ 1\ 7]$

上記の組成物として具体的には、プロピレン系重合体組成物を挙げることが出来る。より具体的には、シンジオタクティックあるいはアイソタクティックである立体規則性を示すプロピレン成分を $9.0\sim6.0$  モル%の量を含み、エチレンおよび炭素原子数 $4\sim1.2$ のオレフィンから選ばれる1 種または2 種以上のオレフィン成分を $1.0\sim4.0$  モル%の量を含む立体規則性プロピレン・オレフィン共重合体 (PX) がより好ましい。プロピレン成分が9.0 モル%を越えると必要な粘着性が消失することがあり、一方、6.0 モル%より低くなると必要な凝集力が消失し糊残りが発生し易くなることがある。

#### $[0\ 0\ 1\ 8]$

さらに、立体規則性プロピレン・オレフィン共重合体(PX)と同じ立体規則性ポリプロピレン(PY)とを含むことが好ましい。該組成物の重量比 $\{(PX)/(PY)\}$ が99/1~40/60の範囲であるプロピレン系重合体組成物であることが好ましい。更に、好ましくは97/3~50/50の範囲であり、最も好ましくは95/5~60/40の範囲であるプロピレン系重合体組成物である。重量比 $\{(PX)/(PY)\}$ が99/1より大きくなると、ポリプロピレン耐熱性を発揮できないことがあり、一方、重量比 $\{(PX)/(PY)\}$ が40/60より小さくなると、必要な粘着性が消失することがある。本発明の粘着フィルム10の粘着層2は、上記のオレフィン系重合体を通常、40重量%以上、好ましくは60重量%以上、更に好ましくは80重量%以上含むことが好ましい。

#### $[0\ 0\ 1\ 9\ ]$

上記の立体規則性ポリプロピレン(PY)としては、シンジオタクチックPPとアイソタクティックPPであり、これらは何れも結晶性を示すので好適に用いることが出来る。さらに、プロピレン・オレフィン共重合体 (PX) におけるプロピレン連鎖の立体規則性とポリプロピレン (PY) の立体構造が、同一の種類の立体規則性(すなわち、シンジオタクチック構造またはアイソタクティック構造)を有することにより、組成物のアロイ構造が0・1  $\mu$  より微細な相溶性構造を形成し易くなり、プロピレン・オレフィン共重合体 (PX) の有する粘着特性と、ポリプロピレン (PY) の有する耐熱性の双方の特長を最大に発揮す

る耐熱粘着特性と透明性を発現できるので、より好ましい。

# [0020]

上記のプロピレン・オレフィン共重合体(PX)やポリプロピレン(PY)の立体規則性を決定する方法としては、例えば、特開平7-48417号公報、特開2003-48286号公報に記載があり、 $^{13}C-NMR$ 測定を利用して決定される。シンジオタクティックあるいはアイソタクティックの立体規則性は、プロピレン連鎖のtriad連鎖でみたタクティシティーであり、通常0.6以上好ましくは0.7以上であり、この範囲であると結晶化速度が速く、成膜加工性に優れる。これらの立体規則性を示すオレフィン系重合体の重合法は、例えば、特開平8-301934号公報、特開平9-12635号公報、特開2003-48286号公報などに重合法の記載があるが、公知のあらゆる方法を採用することが出来る。

#### [0021]

粘着層 2 の融解温度 T m と融解熱  $\Delta$  H は、粘着層 2 を構成する材料の示差走査熱量分析試験により測定される。融解温度 T m は、1 2 0  $\sim$  1 8 0  $\mathbb C$  の範囲に存在する結晶の融解に基づくと考えられる吸熱ピークの温度である。1 2 0  $\sim$  1 8 0  $\mathbb C$  の範囲に存在する吸熱ピークから融解熱  $\Delta$  H が求められ、 $\Delta$  H は少なくとも 1  $\mathbf J$   $\mathbf J$   $\mathbf g$  であり、好ましくは少なくとも 2  $\mathbf J$   $\mathbf J$   $\mathbf g$  である。粘着層 2 を構成する材料は、前記吸熱ピーク値の融解温度  $\mathbf T$   $\mathbf m$  ( $\mathbb C$ ) と融解熱  $\Delta$   $\mathbf H$  ( $\mathbf J$   $\mathbf J$   $\mathbf g$ ) を満足できるような種類を選択し、その比率を調整することによって、耐熱性を有する良好な粘着特性を得ることができる。

#### [0022]

接着層 2 の貯蔵弾性率 G' と損失係数 t an  $\delta$  は、粘着層 2 を構成する材料の粘弾性試験により測定される。  $20 \sim 80$   $\mathbb C$  の温度範囲における貯蔵弾性率 G' は  $0.1 \sim 50$  MP a の範囲にあり、好ましくは  $0.5 \sim 30$  MP a であり、更に好ましくは  $1 \sim 20$  MP a である。粘着フィルム 10 が各種用途として使用される温度範囲は通常  $20 \sim 80$   $\mathbb C$  であり、貯蔵弾性率 G' が 0.1 MP a 未満になると、剥離した後の糊残りが被着体に発生し易くなることがある。また、  $20 \mathbb C \sim 80 \mathbb C$  の温度範囲において、貯蔵弾性率 G' が、 50 MP a を越えると、被着体と粘着フィルムとの密着性が十分に得られないことがある。

# [0023]

粘着層 2の損失係数  $\tan\delta$  は、20  $\mathbb{C} \sim 80$   $\mathbb{C}$ の温度範囲において、少なくとも0.1 以上であり、好ましい下限値は0.2 である。損失係数  $\tan\delta$  が、0.1 以上であると、加熱と冷却の繰り返しによる被着体との膨張差から発生する応力や思わぬ衝撃等のストレスに強い。このため、本発明の粘着フィルムは、特に、性能や品質に対する要求が厳しい電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野におけるな様々用途で高い信頼性が得られる。本発明の粘着フィルムに用いられる粘着層の $\tan\delta$  の最大値は約 $1\sim10$ の範囲であることが一般的である。

#### [0024]

一方、損失係数tan δ が、0.1より小さい場合は、電子素子や有機EL発光素子などの応力に対して非常に敏感な被着体の場合、被着材と粘着フィルムとの膨張係数差や歪みから発生する応力や衝撃等により、剥離や被着体への不具合等が起こることがある。

なお、上記の貯蔵弾性率 G' と損失係数  $tan \delta$  は、 J I S - K 7 2 4 4 「プラスチックー動的機械特性の試験方法」に準拠した粘弾性試験で、貯蔵弾性率 <math>G' と損失弾性率 G' と損失弾性率 G' を関係式  $tan \delta = G''$  G' に代入して算出される。

さらに、電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において粘着フィルムを使用する際、当該分野の被着体に接する粘着フィルムには、陽イオン、陰イオン、金属イオンなどのイオン成分が少ないことが要求され、その特性はイオン含有率として示される。

#### [0025]

本発明においてイオン含有率とは、純水抽出法で測定される各種イオンのイオン含有率の合計であって、1ppm未満が好ましく、更に好ましくは0.5ppm以下である。イオン含有率の合計が、1ppm未満であることは、実質的にイオンに代表される反応性材料を含ま

ない粘着フィルムであるといえる。一方、イオン含有率の合計が、 $1~p\,p\,m$ 以上の場合、例えば、半導体素子や有機EL素子などイオンに対して非常に敏感な被着体には、イオンの影響が出やすく不具合を発生することがある。前記イオンは、粘着フィルム $1~0~v\,c$  をで抽出されるイオンであって、具体的には、ナトリウムイオン(Na+)、カリウムイオン(K+) などの陽イオン、塩素イオン(Cl-)、弗素イオン(F-)、硝酸イオン(N0g-)、亜硝酸イオン(N0g-)、リン酸イオン(P0g-3-)、硫酸イオン(S0g-2-)などの陰イオン、鉄イオン(Fe 2+)、銅イオン(Cu 2+)、クロムイオン(Cr 3+)、アルミニウムイオン(Al 3+)、亜鉛イオン( $2\,n$  2+)、ニッケルイオン(Ni 2+)などの金属イオンが挙げられる

### [0026]

本発明の粘着フィルム10の粘着層2に用いられるオレフィン系重合体として、水およびイオンとの相互作用が小さい構造を選択することにより、イオン含有率の低い粘着フィルム10を製造することができる。

本発明の粘着フィルム 10 の接着層 2 は、本発明の目的を損なわない範囲で、熱可塑性エラストマー、エチレンと他の $\alpha$  ーオレフィンのコオリゴマー、合成樹脂などの成分を含有させることもできる。これら成分により、例えば貼り付け温度に対する軟化温度の調整、および使用環境温度( $20\sim80$   $\mathbb{C}$  付近)における粘着適性を調整することができる。

#### [0027]

熱可塑性エラストマーとしては、例えば、ポリスチレン系エラストマー、ポリオレフィン系エラストマー、ポリアミド系エラストマー、ポリウレタン系エラストマー、ポリエステル系エラストマーなどが挙げられる。なかでも、水分含有率、イオン含有率を低く保ったまま柔軟性や粘着性を改良するには、ポリスチレン系エラストマーおよびポリオレフィン系エラストマーが好ましい。

# [0028]

ポリスチレン系エラストマーとしては、例えば、スチレンーイソプレンースチレンブロック共重合体(SIS)、スチレンーエチレン・ブチレンースチレンブロック共重合体(SEPS)、他のスチレン・ジエン系ブロック共重合体またはその水素添加物などが挙げられる。このSISの具体例としては、JSR株式会社から商品名:JSR SIS(登録商標)として、またはシェル化学株式会社から商品名:クレイトンD(登録商標)として市販されているものなどが挙げられる。また、SEPSの具体例としては、株式会社クラレから商品名:セプトン(登録商標)として市販されているものなどが挙げられる。

#### [0029]

ポリオレフィン系エラストマーとしては、硬質部となるポリプロピレン等の結晶性の高いポリマーを形成するポリオレフィンブロックと、軟質部となる非晶性を示すモノマー共重合体ブロックとのブロック共重合体が挙げられ、具体的には、オレフィン(結晶性)・エチレン・ブチレン・オレフィン(結晶性)ブロック共重合体、ポリプロピレン・ポリエチレンオキシド・ポリプロピレンブロック共重合体、ポリプロピレン・ポリオレフィン(非晶性)・ポリプロピレンブロック共重合体等を例示することができる。具体例としては、JSR株式会社から商品名:DYNARON(登録商標)として市販されているものが挙げられる。

#### [0030]

エチレンと $\alpha$ ーオレフィンとのコオリゴマーは、通常、常温で液体状のものである。  $\alpha$ ーオレフィンとしては、例えば、プロピレン、1ーブテン、1ーペンテン、1ーヘキセン、1ーオクテン、1ーデセン、1ードデセン、1ーテトラデセン、1ーヘキサデセン、1ーオクタデセン、4ーメチルー1ーペンテン等の炭素数 3~20の $\alpha$ ーオレフィンが挙げられる。これらの中でも、炭素数 3~14の $\alpha$ -オレフィンが好ましい。具体例としては、三井化学株式会社から商品名: $\mu$ -カント(登録商標)として市販されているものが挙げられる。

また、合成樹脂としては、非ハロゲンであるものが好ましく、具体例としては、ポリエ

ーテル、ポリアミド、ポリウレタン、ポリエステル、ポリカーボネートなどが挙げられる

# [0031]

本発明の粘着フィルム10の粘着層2には、さらに各種の副成分を、本発明の目的を損ねない範囲で含んでいてもよく、例えば、液状ブチルゴム等の可塑剤、ポリテルペン等のタッキファイヤーなどが挙げられる。

また、本発明の粘着フィルム10には、この種のフィルムに一般的に配合される各種添加剤を含有していてもよく、例えば、各種の紫外線吸収剤、酸化防止剤、耐熱安定剤等が 挙げられる。

### [0032]

本発明の粘着層 2 に用いられる副成分や添加剤としては、電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野における様々な用途において悪影響が現れるオン含有率を増加させないように、その種類を選定し、配合量も最小限にすることが好ましい。オレフィン系重合体からなる海の中に、副成分や添加剤が存在するな本発明の粘着層 2 にすることが、オレフィン系重合体が有する、熱や光、薬品などへの安定性を発揮できるので好ましい。具体的な粘着層に対する副生物等の含有率としては、40重量%以下が好ましく、更に20重量%以下が好ましい。

粘着層 2 の厚みについて特に制限はなく、使用目的に応じて要求される粘着力、被着体表面凹凸に対する密着性等を考慮すれば、通常、 $1\sim200~\mu$  m程度であり、好ましくは、 $5\sim50~\mu$  m程度である。

#### [0033]

基材層 1 は、特に限定されず、種々の薄層品が使用可能であり、その構成成分として、例えば、ポリオレフィン系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂などの合成樹脂、銅、アルミ、SUSなどの金属、天然樹脂、紙などを単独或いは複合化して用いることができる。

本発明の基材層1としては、被着体を固定保持する強さと被着体の形状に追従する柔らかさを兼ね備える点、低価格で省エネルギー性に優れる点、酸やアルカリなどの薬品に対する安定性に優れる点、他材料と複合化により機能を付与し易い点、環境への負荷が低い点、腐食性イオンや金属イオンを実質的に含まない点、粘着層と強固な接着を形成し易い点から、その構成成分としては、とりわけ、オレフィン系重合体を主成分とするものが好ましい。なお、本発明において主成分とは、それ以外の含まれている構成成分に比べて、相対的に最も大きな割合で含まれる構成成分を言う。

#### $[0\ 0\ 3\ 4]$

#### [0035]

前記基材層 1 における前記オレフィン系重合体の含有量は、通常、 $40\sim100$  重量%程度であり、好ましくは $60\sim100$  重量%程度である。柔軟性や伸長性を高めるオレフィン系重合体の一種であるエチレンと $\alpha$  ーオレフィン共重合体の具体例としては、三井化学株式会社から商品名:タフマーA(登録商標)、タフマーP(登録商標)等で市販され

ており、また、プロピレンと $\alpha$ ーオレフィン共重合体の具体例としては、三井化学株式会社から商品名:タフマーXR(登録商標)、タフマーS(登録商標)等として市販されており、さらにまた、ポリブテンの具体例としては、三井化学株式会社から商品名:ビューロン(登録商標)として市販されているものが挙げられる。

# [0036]

基材層1の構成成分としては、オレフィン系重合体以外に、粘着フィルム10の性能と品質を悪化させない種類の合成樹脂や熱可塑性エラストマーの中から、機械特性、耐熱特性、柔軟性等の特性を改良するために、必要に応じて適宜加えることができる。機械特性や耐熱特性を改良するための合成樹脂としては、例えばナイロンー6、ナイロンー6,6、ナイロンー6,1~2等のポリアミド樹脂、ポロエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、それらの共重合体、ポリエチレンナフタレート、脂肪族ポリエステル等のポリエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリフェニレンスルフィド樹脂、ポリイミドなど挙げられ、また、柔軟性を改良するための熱可塑性エラストマーとしては、例えばポリスチレン系エラストマー、ポリアミド系エラストマー、ポリウレタン系エラストマー、ポリエステル系エラストマーなどが挙げられる。

#### [0037]

基材層 1 は、この種の粘着フィルム 1 0 の基材層に一般に用いられる各種添加剤を含有していてもよい。例えば、各種の充填剤、顔料、染料、紫外線吸収剤、酸化防止剤、耐熱安定剤、滑剤、耐候安定性、可塑剤、結晶造核剤等の各種添加剤を、粘着フィルム 1 0 の性能や品質に影響を与えない程度に含有していてもよい。

基材層 1 の厚みについて特に制限はなく、使用目的に応じて要求される切断加工性、機械的強度、柔軟性等を考慮すれば、通常、 $0.01 \sim 2$  mm程度であり、疵防止性、貼付け作業性および価格の点で、0.02 m $\sim 0.5$  mm程度が好ましい。

基材層 1 のヤング率(測定温度:2 3  $\mathbb C$ )について特に制限はなく、使用目的に応じて要求される機械的強度、柔軟性等を考慮すれば、通常、2 0  $\sim$  4 0 0 0 MP a 程度であり、好ましくは、5 0  $\sim$  2 0 0 0 MP a 程度である。

基材層が2層以上の複数層から構成される場合には、各層に粘着フィルム10として要求される各種の特性を分担して受け持たせるように構成することができる。

#### [0038]

図2は、本発明の粘着フィルム10の、別の実施形態を示す断面図である。同図に示されるように、本発明の粘着フィルム10は、中間層3と外層4からなる基材層1と、中間層3の片面に積層された粘着層2とからなる。

例えば、中間層3には加工時の伸び特性や、引き裂き耐性、切断加工性、着色による認知性などの機能を付与し、最外層4には表面疵の耐性や、巻き上げた粘着フィルム10が簡単に巻戻せるように粘着層との剥離性を付与した態様が挙げられる。

中間層3の構成成分としては、オレフィン系重合体を主成分とするものが好ましく、オレフィン系重合体としては、前記のものと同様なものが挙げられる。

図2は、本発明の粘着フィルム10の、別の実施形態を示す断面図である。同図に示されるように、本発明の粘着フィルム10は、中間層3と外層4の2層からなる基材層1と、中間層3の片面に積層された粘着層2とからなる。

#### [0039]

また、外層4の主成分としては、オレフィン系重合体の中で、低密度ポリエチレン、超低密度ポリエチレン、直鎖状低密度ポリエチレン、中密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン、また、エチレンと炭素数3~12の $\alpha$ -オレフィン、スチレン、酢酸ビニル、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステル、アイオノマー等の各種ビニル化合物との共重合体等のエチレン系重合体が好ましく、または、 $\alpha$ -オレフィンを含む重合体を主成分とする場合、これらの他に、少量のポリビニルアルコールまたはエチレン・ビニルアルコール共重合体と長鎖アルキルイソシアナートとの反応物等の剥離剤を1~10重量%配合するものも好ましく、剥離フィルムが無い場合でも巻き戻し力が5N/25mm以下であ

る粘着フィルム10を得ることができる。

#### [0040]

基材層 1 が中間層 3 と外層 4 からなる場合、中間層 3 と外層 4 の厚みについて特に制限はなく、中間層 3 の厚みは、好ましくは 1 0  $\mu$  m  $\sim$  0 .8 m m 程度であり、特に好ましくは 2 0  $\sim$  2 0 0  $\mu$  m 程度であり、外層 4 の厚みは、好ましくは 3  $\sim$  2 0 0  $\mu$  m 程度であり、特に好ましくは 5  $\sim$  5 0  $\mu$  m 程度である。

図 2 のように基材層が複数層から構成される場合には、複数の層を単層と見なした基材層 1 のヤング率は、通常、 2 0 ~ 4 0 0 0 MP a 程度であり、好ましくは、 5 0 ~ 2 0 0 0 MP a 程度である。

### $[0 \ 0 \ 4 \ 1]$

本発明の粘着フィルム10は、透明性にも優れたフィルムを得ることが出来る。透明性に優れた粘着フィルムとは、可視光線透過率が好ましくは70%以上、好ましくは80%以上、更に好ましくは90%以上である。可視光線透過率を評価する方法としては、JIS R3106規格を採用することが出来る。

また、本発明の粘着フィルム10は、色調を調整目的で公知の色素、より具体的には特定波長の可視光線吸収性色素、蛍光色素や燐光色素、を含有させることもできる。

本発明の可視光線透過率の測定は、2光路式の積分球を備えた分光光度計により容易に測定が可能である。分光光度器としては、例えば、U-3400(株式会社日立製作所製)やUV-3100(株式会社島津製作所製)を用いることが出来る。

本発明の粘着フィルム10において、粘着フィルム10の巻き戻しを容易にする点、粘着層表面の平滑性を良くする点、打ち抜き加工性を高める点から、前記粘着層側に剥離フィルム5を積層してなるものが好ましい。さらに、打ち抜き加工が伴う用途や両面に粘着層を必要とする用途では、通常、粘着層を保護するために、剥離フィルムが使用される。

#### [0042]

図3と図4に示すように、粘着層2の片面に積層された剥離フィルム5は、従来から公知の様々の構成成分により形成される。このような剥離フィルム5の構成成分としては、何ら限定されるものではないが、焼却処理する場合にハロゲン化合物等の有毒ガスが発生しない合成樹脂や加工紙などが好ましい。中でも、本発明の剥離フィルム5として、粘着フィルム10の変形を抑えて精度良く打ち抜ける加工ができる剛性を有する点と、一方ロール巻きに支障のない厚みと柔軟性を有し且つ廃棄処理量を減らす点から、例えば、ポリエステルフィルムや紙の表面にポリエチレン等の合成樹脂をコートした加工紙等が好ましい。剥離フィルム5に用いる合成樹脂には、例えば、各種の充填剤、顔料、紫外線吸収剤、酸化防止剤、耐熱安定剤、滑剤等を粘着フィルム10に影響を与えない程度に含有していてもよい。

#### [0043]

#### $[0\ 0\ 4\ 4\ ]$

粘着フィルム10を製造するために、前記基材層1の一面に粘着層を積層する方法は特

に制限はなく、例えば、予め成形されたオレフィン系重合体の基材フィルム(基材層)を コロナ処理などの表面処理した後に粘着層を構成する材料を塗布・乾燥する方法、剥離フ ィルムに粘着材料を塗布・乾燥した後に予め成形されたオレフィン系重合体の基材フィル ム(基材層)と圧着する方法、粘着層と基材層を同時に一体成形する共押出成形法、ある いは予め成形された基材層に、粘着層を溶融押出しラミネートする方法等で製造できる。 これらの製造方法のうち、共押出成形法は、基材層と粘着層を構成する材料を、それぞれ 溶融加熱して共押出し成形し所定の厚みを有する多層構造の積層フィルムを製造する方法 であり、高効率でしかも省エネルギーのため安価に製造できる点で、好ましい。また、2 層以上の多層ダイを用いた共押出成形法によって、1層以上の基材層と粘着層を有する粘 着フィルム10を同時に成形できる。多層ダイを用いた共押出成形法として、例えば、各 層の溶融物をあらかじめ層状に組み合わせて一体としたものをフラットダイに送り込みダ イ内で接着させる方法(フィードブロック法)、各層の溶融物をフラットダイ内の別のマ ニホールドに送り込み、ダイ内の共通の場所(一般にはダイリップ入り口前)にて、各層 を層状に接合して一体としたものをフラットダイに送り込みダイ内で接着させる方法(多 数マニホールド法)、さらにフィードブロック法と多数マニホールド法の組み合わせた方 法等が挙げられる。

このように製造された粘着フィルム10と剥離フィルム5を積層する方法は、特に制限はなく、例えば、通常のフィルムラミネート装置により積層させる。

#### [0045]

図5に示すように、本発明の粘着フィルム10を、コア材6に巻きつけてロール状に保管でき、必要な量だけ引き出して使用できる。

また、図6に示すように、本発明の粘着フィルム10の粘着層側に剥離フィルム5を貼り付けて、コア材6に巻きつけてロール状に保管でき、剥離フィルム5を剥がしながら必要な量だけ引き出して使用できる。

# [0046]

また、本発明の粘着フィルム10は、使用される用途に最適な形状に切断加工しても使用できる。その形状は、何ら限定されるものではないが、円形、正方形、長方形などのいずれでもよく、例えば、剥離フィルム5上に粘着フィルム10を必要とされる形状に一部分残して打ち抜き加工してもよい。

本発明の粘着フィルム10は、使用される用途に最適な形状(例えば、円形)に剥離フィルム5上に打ち抜き保持でき、コア材6に巻きつけてロール状に保管でき、剥離フィルム5を剥がしながら必要な量だけ引き出して使用できる。

本発明に係わる粘着フィルム10の使用方法は、従来から公知の様々な粘着フィルム用途に使用される。粘着フィルム用途としては、何ら限定されるものではないが、本発明に係わる粘着フィルム10は、特に、高い性能と品質が要求される電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において、表面保護用途、薬液処理用途、加熱処理用途、研削研磨用途、切断加工用途、輸送保管用途に好適であり、前記用途から選ばれる1種または2種以上を組み合わせた用途でも好適であり、以下これらの用途について説明する。

# [0047]

表面保護用途として、例えば、金属板、樹脂板、ガラスやセラミックス板などの被着体の疵付き防止や汚れ付着防止のため、その表面に粘着フィルムを貼り付けて使用される。特に、電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において、粘着フィルムに要求される性能としては、様々な表面状態の被着体に貼り付けた後に粘着フィルムの浮きや剥がれが無く、剥離除去に際しては出来るだけ小さな力で剥がすことができ、被着体へ糊残りは無いことが要求される。特に、電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において、電子部材、半導体ウエハ、ガラスウエハ、セラミックスウエハ、光学用のレンズ部材などでは汚染を極限まで低減することが要求される。

#### [0048]

薬液処理用途として、例えば、電子・半導体材料の分野においてメッキ処理やエッチング処理の際、その保護する表面に粘着フィルムを貼り付けて使用される。粘着フィルムに

要求される性能としては、メッキ液やエッチング液などの薬品に対する安定性であり、被着体に貼り付けた後に粘着フィルムの浮きや剥がれが無く、薬液処理した後は剥離し易く、特に被着体へ洗浄が必要ない糊残りと被着体が変質しないことが要求される。

#### [0049]

加熱処理用途として、例えば、光学・表示材料の分野において、アクリル樹脂やPET樹脂からなるレンズ機能を有する光学レンズを製造する際に、その保護する表面に粘着フィルムを貼り付けて使用される。粘着フィルムに要求される性能としては、約80~100℃の加熱処理に対する安定性であり、被着体に貼り付けた後に粘着フィルムの浮きや剥がれが無く、加熱処理した後は剥離し易く、特に被着体へ洗浄が必要ない糊残りと被着体が変質しないことが要求される。

# [0050]

研磨研削用途として、例えば、半導体ウエハの裏面や眼鏡レンズを研削研磨して薄くする場合、被着体と研磨や研磨装置の回転固定ジグとの間に粘着フィルムを貼り付けて使用される。この場合、被着体及び回転固定ジグとを密着させる粘着特性、クッション性、平滑性などの品質が粘着フィルムに求められる。さらに、剥離時の剥がし易さと被着体へ糊残りが実質的に無く洗浄する必要が無い性能が要求される。

# $[0\ 0\ 5\ 1]$

切断加工用途として、例えば、半導体、ガラス、セラミックスウエハを小片に切断加工する場合、被着体であるウエハに貼り付けて使用される。この場合、被着体に欠けや亀裂を発生させない特性が粘着フィルムに求められる。さらに、剥離時の剥がし易さと被着体へ糊残りが実質的に無く洗浄する必要が無い性能が要求される。このような切断加工する場合、通常、金属やダイヤモンドからなる回転刃、レーザ、ウォータージェットなどによる切断加工方法が用いられ、特にレーザ加工の場合、レーザ光に対して実質的に透明であることが求められる。

#### [0052]

輸送保管用途としては、通常、前記表面保護用途、薬液処理用途、加熱処理用途、研削研磨用途、切断加工用途で使われた後引き続き、被着体と粘着フィルムが貼り付けられた状態で船便やトラック便などで輸送され、或いは長期に倉庫に保管され、使用される。特に、温度や湿度を特別に管理されていない環境においても被着体の性能や品質が変化しないことが要求される。

#### $[0\ 0\ 5\ 3]$

性能や品質に対する要求が厳しい電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において表面保護用途、輸送又は保管用途、薬液処理用途、加熱処理用途、研削又は研磨加工用途、切断加工用途から選ばれる1種あるいは2種類以上組み合わせた使用方法が、本発明の粘着フィルム10の特長がより発揮できるので、好ましい使用方法である。

# $[0\ 0\ 5\ 4]$

表面保護用途と輸送又は保管用途と加熱処理用途と切断加工用の4種類を組み合わせた一例として、ディスプレイ用の光学レンズ部材を製造加工する際の使用方法が挙げられる。この場合、レンズを形成した直後から粘着フィルムが貼り付けられた後、レンズの熱処理(約80~120℃)工程、 $CO_2$ レーザによる切断加工、検査工程、積層保管後、自動車あるいは船便などにより輸送され、光学レンズ部材がディスプレイに組み立てられるところで粘着フィルムは用済みになり剥がされる。

#### [0055]

また、研削又は研磨加工用途と表面保護用途と輸送又は保管用途の3種類を組み合わせた一例として、メガネレンズを加工する際の使用方法が挙げられる。この場合、メガネレンズに粘着フィルムが貼り付けられた後、メガネレンズを矯正する度数などに合わせて研削又は研磨加工し、その状態で輸送し保管され、店舗にて用済みになり剥がされる。

#### $[0\ 0\ 5\ 6]$

さらにまた、切断加工用途と薬液処理用途の2種類を組み合わせた一例として、ウエハを加工する際の使用方法が挙げられる。この場合、ウエハに粘着フィルムが貼り付けられ

た後、ダイサーによりウエハが小片に切断加工され、側面を弗酸などエッチング液で処理 し、ダイボンダーにより粘着フィルムから小片が剥離され用済みとなる。

#### 【実施例】

#### $[0\ 0\ 5\ 7\ ]$

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものでない。

なお、以下の実施例および比較例において、示差走査熱量分析、粘弾性、イオン分析、 粘着力、加熱加圧下の粘着力安定性、耐薬品性を下記に示す方法により試験し評価した。 (示差走査熱量分析)

粘着層を構成する材料について、セイコーインスツルメンツ社製RDC220を用いて示差走査熱量分析(DSC)を試験した。試験条件は、30℃から-100℃に降温し、-100℃で10分間保持した後、-100~300℃の温度範囲を10℃/分の昇温速度でDSCを試験した。この試験より得られた温度一熱量曲線より、融解温度Tmはピーク値( $\mathbb C$ )としてその有無を判断し、該融解熱 $\Delta$ H(mJ/mg=J/g)を測定した。(粘弾性)

JIS-K7244「プラスチックー動的機械特性の試験方法」に準拠した粘弾性試験法により測定した。すなわち、レオメトリック・サイエンティフィック社製メカニカルスペクトロメータ-RMS-800を用いて、直径8mmのパラレルプレートを使用し、プレート間のギャップを1.5mmとし、試験片には8mm $\phi \times 1$ .5mm (厚さ)の円板を用い、周波数 $\omega=100$  rad/secで、温度範囲-50  $\mathbb{C} \sim 150$   $\mathbb{C}$  を3  $\mathbb{C}$  / minの昇温速度で、貯蔵弾性率 G'(Pa)と損失弾性率 G"(Pa)の測定を行った。損失係数 tan  $\delta$  は、測定された貯蔵弾性率 G'と損失弾性率 G"を、関係式 tan  $\delta$  = G"/ G'に代入して算出した。

# (イオン分析)

約 2 . 5 c m 角に切り取った試験片 5 g と純水 1 5 0 g を 2 0 0 m 1 のテフロン(登録商標)容器に入れ、オートクレーブを用いて 1 0 0  $^{\circ}$  に加温下 6 0 分間抽出した後、試験片を取り出し、ホットプレート上で抽出液を 2 5 g まで濃縮した。その濃縮水を、具体的には、Na<sup>+</sup>、K<sup>+</sup> などの陽 イオンと、C1<sup>-</sup>、F<sup>-</sup>、N0<sub>3</sub><sup>-</sup>、N0<sub>2</sub><sup>-</sup>、P0<sub>4</sub><sup>3-</sup>、S0<sub>4</sub><sup>2-</sup>などの陰 イオンは、イオンクロマト分析により定量分析し、さらに、Fe<sup>2+</sup>、Cu<sup>2+</sup>、Cr<sup>3+</sup>、A1<sup>3+</sup>、Zn<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup>などの金属イオンは、原子吸光分析により定量分析値( $\mu$  g)を測定した。各イオン種のイオン含有率(ppm)は、定量分析値( $\mu$  g)を次式に代入して算出した。

イオン含有率(ppm) = 定量分析値( $\mu$  g)÷試験片重量(g)X(25 g÷150 g)抽出液を濃縮(25 g/150 g)したことでイオン分析値の検出限界を、0.0 1 ppmまで高めた。イオン含有率の合計値(ppm)を、各イオン種のイオン含有率(ppm)から算出した。(粘着力)

本発明の粘着力は、粘着フィルム試験方法(JIS Z0237-2000)に準拠して測定した。試験板として50mm幅×150mm長さ×2mm厚のSUS-BA板と粘着フィルムを温度23  $\mathbb C$ 、相対湿度50%の環境下に1時間放置した後、粘着フィルムを約2 k g ゴムロールで圧力を加えながら2 往復通過させて試験板に貼り付けた。貼り付け後、温度23  $\mathbb C$  、相対湿度50%の一定環境下に30 分間置いてから、温度23  $\mathbb C$  、相対湿度50 %下、粘着フィルムを180 。方向に、速度300mm/分でSUS-BA板から引き剥がしながら粘着力を測定した。後述の実施例で示される粘着力(23  $\mathbb C$ )は、少なくとも2 回測定した平均値であり、単位は、N/25mmとした。

#### (加熱加圧下の粘着力安定性)

SUS-BA板に試験片を23℃で貼り付け、30分間放置した後に初期粘着力(単位:N/25mm)を測定し、そのサンプルを80℃、0.2MPaの加熱加圧環境下に7日間置いてから、80℃、0.2MPa加熱加圧下7日間後の粘着力(単位:N/25mm)として測定し、次の基準により加温加熱下の安定性評価を行った。JISZ0237-2000に記載されている粘着力測定法に準拠して、180°方向に、速度300mm/分でSUS-BA板から引き剥がしながら測定し、次の基準により加熱加圧下の粘着力安定性

の評価を行った(80℃加熱、0.2MPa加圧下7日間後の粘着力)/(23℃の初期粘着力)が、0.7以上~1.5以下の範囲であり、被着面を目視観察して汚染が無いものを合格(〇で示す)とし、(80℃加熱、0.2MPa加圧下7日間後の粘着力)/(23℃の初期粘着力)が、0.7未満1.5を越えるもの、あるいは被着面に汚染があるものを不合格(×で示す)とした。

# (耐薬品性)

JIS K 7 1 1 4 - 2 0 0 1 「プラスチックー液体薬品への浸せき効果を求める試験方法」に記載されている方法に準拠して試験した。ただし、試験片(6 0 m m 角)を、2 規定塩酸(2 3  $\mathbb C$  および 7 0  $\mathbb C$ )、2 規定硫酸(2 3  $\mathbb C$  および 7 0  $\mathbb C$ )、2 0 重量% 水酸化ナトリウム水(20 w t % N a 0 H a q)(2 3  $\mathbb C$  および 7 0  $\mathbb C$ )、1 0 重量% アンモニア水(10 w t % N H 3 a q )(2 3  $\mathbb C$ )、イソプロバノール(2 3  $\mathbb C$ )、アセトン(2 3  $\mathbb C$ )、酢酸エチル(2 3  $\mathbb C$ )の液体薬品に浸せきして、初期の寸法、重量、外観と、2 3  $\mathbb C$  あるいは 7 0  $\mathbb C$  の一定温度の環境で 7 日間各種の薬品に浸せきした後の寸法、重量、外観を測定し、次の基準により耐薬品性の評価を行った。寸法変化と重量変化が共に 1 % 未満で、外観に変化が見られない場合を合格( $\mathbb C$ で示す)とし、寸法変化が 1 %以上、重量変化が 1 %以上、外観に変化が見の内、何れか 1 項目でも該当する場合を不合格( $\mathbb C$ で示す)とした。

# [0058]

# (実施例1)

#### [0059]

粘着層 2 を構成する材料である s P E R / s P P = 8 0 / 2 0 (wt/wt)の D S C 試験の測定チャートを図7に示す。融解温度 T m は、1 2 6 . 3  $\mathbb C$  にピーク値があり、その融解熱  $\Delta$  H は、7 . 9 7  $\mathbf J$  /  $\mathbf g$  であった。

次いで、各層の材料をフルルライト型のスクリューを備えた押し出し機により溶融した。成形条件(溶融温度)は、粘着層 2:20  $\mathbb C$  、基材層 1:230  $\mathbb C$  であり、この 2 層の溶融樹脂を多層ダイ内で積層させた(共押出温度: 230  $\mathbb C$ )。押し出された粘着フィルムを冷却し、スリットしてコア材 6 に巻き取った。

表1に、粘着フィルム10の層構成と、各層を構成する成分とその重量比と、各層の厚み、粘着層2のDSCと粘弾性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。

表2に、粘着フィルム10について、イオン分析、粘着力、加熱加圧下の粘着力安定性、耐薬品性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。

#### [0060]

# (実施例2)

粘着フィルム10を構成する各層の材料として、以下の材料を用いた。すなわち、外層4を構成する成分として、実施例1と同じHDPE80重量部と、低密度ポリエチレン(LDPE;密度0.92g/cm³、MFR(温度190℃,荷重 2.16kg): 7.2g/10分)20重量部とを用い、中間層3を構成する成分として、実施例1と同じrPP88重量部と、EB-A10重量部と、HDPE2重量部とを用い、粘着層2を構成する成分として、シンジオタクティックプロピレン・エチレン共重合体(sPER;プロピレン成分77モル%、エチレン成分23モル%、MFR(温度230℃,荷重 2.16kg): 5.0 g/10分)90重量部と、実施例1と同じsPP10重量部とを用いた。

粘着層 2 を構成する材料である s P E R / s P P = 9 0 / 1 0 (wt/wt) の D S C 試験の測定チャートを図 8 に示す。融解温度 T m は、1 2 5 . 0 C にピーク値があり、その融解熱  $\Delta$  H は、4 . 3 7 J / g  $\sigma$   $\delta$   $\delta$   $\delta$   $\delta$ 

次いで、各層の材料をフルルライト型のスクリューを備えた押し出し機により溶融した。成形条件(溶融温度)は、粘着層 2:20  $\mathbb C$ 、中間層 1:230  $\mathbb C$ 、外層:220  $\mathbb C$  であり、この3層の溶融樹脂を多層ダイ内で積層させた(共押出温度:230  $\mathbb C$ )。押し出された粘着フィルムを冷却し、スリットしてコア材 6 に巻き取った。

このようにして得られた粘着フィルム 10 は、 2 層からなる基材層 1 と粘着層 2 が積層されたものであり、各層の厚みは、粘着層 2 : 8  $\mu$  m、中間層 1 : 3 4  $\mu$  m、外層: 8  $\mu$  mで、合計厚み 5 0  $\mu$  mであった。

表1に、粘着フィルム10の層構成と、各層を構成する成分とその重量比と、各層の厚み、粘着層2のDSCと粘弾性を試験方法に従って測定し、その結果を示す。

表2に、粘着フィルム10について、イオン分析、粘着力、加熱加圧下の粘着力安定性、耐薬品性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。

# $[0\ 0\ 6\ 1]$

# (実施例3)

粘着フィルム 10 を構成する各層の材料として、以下の材料を用いた。すなわち、外層 4 を構成する成分として、実施例 1 と同じ 1 日 1

このようにして得られた粘着フィルム 10 は、2 層からなる基材層 1 と粘着層 2 が積層されたものであり、各層の厚みは、粘着層 2 : 12  $\mu$  m、中間層 1 : 60  $\mu$  m、外層: 8  $\mu$  m で、合計厚  $\mu$  8 0  $\mu$  m であった。

表1に、粘着フィルム10の層構成と、各層を構成する成分とその重量比と、各層の厚み、粘着層2をDSCと粘弾性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。

表2に、粘着フィルム10について、イオン分析、粘着力、加熱加圧下の粘着力安定性、耐薬品性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。

# [0062]

(実施例4)

粘着フィルム 10 を構成する各層の材料として、以下の材料を用いた。すなわち、外層 4 を構成する成分として、実施例 1 と同じ 1 日 1

粘着層 2 を構成する材料のDSC試験より、融解温度Tmは、159.5 ℃にピーク値があり、その融解熱  $\Delta$  Hは、10.2 J/gであった。

このようにして得られた粘着フィルム 10 は、2 層からなる基材層 1 と粘着層 2 が積層されたものであり、各層の厚みは、粘着層 2 : 12  $\mu$  m、中間層 1 : 60  $\mu$  m、外層:8  $\mu$  mで、合計厚み 80  $\mu$  mであった。

表1に、粘着フィルム10の層構成と、各層を構成する成分とその重量比と、各層の厚み、粘着層2のDSCと粘弾性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。

表2に、粘着フィルム10について、イオン分析、粘着力、加熱加圧下の粘着力安定性、耐薬品性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。

# [0063]

(実施例5)

実施例1の粘着フィルム10を、表面が凹凸のあるレンズ状に加工されたPET基板(0.8mm厚×300mm×300mm)表面に、約60℃に加熱した状態で貼り付け、回転刃で100mm×100mmに切断加工した後、60℃加熱槽に1週間保管した後、23℃、50%RHに1日放置した。粘着フィルム10を手で剥がしたところ、剥離しやすく、切断面も良好で、レンズ状に加工された表面に糊のこりは見られず、光学機能を良好に保持したPET基板が得られた。すなわち、本実施例の粘着フィルム10は、光学・表示材料分野で使用されるレンズ用基板を製造し組み立てる工程において、レンズ機能などの表面保護用途、加熱処理用途、切断加工用途、輸送保管用途の4種を組み合わせた用途に使用できる。

# $[0\ 0\ 6\ 4]$

(実施例6)

実施例2の粘着フィルム10を、光学分野に帯電防止剤処理されたアクリル基板( $1mp \times 300mm \times 300mm \times 300mm$ )表面に、約60℃に加熱した状態で貼り付け、温度80℃に設定した乾燥オーブンに30分間置いた後、炭酸ガス(CO2)レーザで $300mm \times 300mm \times 300mm$  に切断加工した後、さらに60℃加熱槽に1週間保管した後、23℃、50%RHに1日放置した。粘着フィルム10を手で剥がしたところ、剥離しやすく、切断加工面に糸状バリの発生が無く、さらに切削屑の付着等の汚染が無く良好で、被着面への糊のこりは見られず、帯電防止機能も保持(表面抵抗: $2 \times 10^{-12} \Omega$ 、かつ帯電圧半減期:15 秒)されたアクリル板が得られた。すなわち、本実施例の粘着フィルム10 は、光学・表示材料分野で使用されるレンズ用基板を製造し組み立てる工程において、帯電防止剤処理などの表面保護用途、加熱処理用途、切断加工用途、輸送保管用途の4種を組み合わせた用途に使用でき

# [0065]

(実施例7)

実施例3の粘着フィルム10を、シリコンウエハ( $\phi$ 100mm、0.525mm厚)のミラー面に、常温で貼り付け、 $HF/HNO_3/CH_3COOH=1/9/3$ (弗硝酢酸)の薬液に30分間処理切した後、水洗し、60℃加熱槽で1時間乾燥処理した後、23℃、50% RHに7日放置した。粘着フィルム10を手で剥がしたところ、剥離しやすく、粘着フィルム10に保護されたシリコン面と保護されていないシリコン面と境界が鮮明に見られ、糊のこりの無いシリコンウエハが得られた。すなわち、本実施例の粘着フィルム10は、半導体分野で使用されるウエハ製造工程において、薬液処理用途、加熱処理用途、輸送保管用途の3種を組み合わせた用途に使用できる。

#### [0066]

(実施例8)

実施例4の粘着フィルム10を、ガラス板(300mm×300mm、1mm厚)表面に、常温で貼り付け、 $HF/HNO_3/CH_3COOH=1/9/3$ (弗硝酢酸)の薬液に30分間処理切した後、水洗し、23  $\mathbb C$ 、50  $\mathbb R$   $\mathbb R$ 

# $[0\ 0\ 6\ 7]$

(比較例1)

次いで、各層の材料をフルルライト型のスクリューを備えた押し出し機により溶融した。成形条件(溶融温度)は、粘着層 2:20  $\mathbb C$ 、中間層 1:230  $\mathbb C$ 、外層:220  $\mathbb C$  であり、この 2 層の溶融樹脂を多層ダイ内で積層させた(共押出温度:230  $\mathbb C$ )。押し出された粘着フィルムを冷却し、スリットしてコア材 6 に巻き取った。

このようにして得られた粘着フィルム 10 は、 2 層からなる基材層 1 と粘着層 2 が積層されたものであり、各層の厚みは、粘着層 2:8  $\mu$  m、中間層 1:34  $\mu$  m、外層: 8  $\mu$  mで、合計厚み 50  $\mu$  mであった。

表1に、粘着フィルム10の層構成と、各層を構成する成分とその重量比と、各層の厚み、粘着層2のDSCと粘弾性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。

表2に、粘着フィルム10について、イオン分析、粘着力、加熱加圧下の粘着力安定性、耐薬品性の試験方法に従って測定し、その結果を示す。特に、加熱加圧下の粘着力安定性試験で、被着面に汚染は発生しないもの初期粘着力1.8(N/25mm)が、5.5(N/25mm)に約3倍上昇した。

#### [0068]

(比較例2)

比較例1の粘着フィルム10を、光学分野に帯電防止剤処理されたアクリル基板(lmm厚×300mm×300mm)表面に、約60℃に加熱した状態で貼り付け、温度80℃に設定した乾燥オーブンに30分間置いた後、炭酸ガス(CO2)レーザで300mm×300mmに切断加工し

た後、さらに6.0 C 加熱槽に1 週間保管した後、2.3 C、5.0 % R Hに1 日放置した。粘着フィルム1.0 を手で剥がしたところ、幅3.0 0 mmで剥離が重くなり剥離性が悪化した以外は、切断加工面に糸状バリの発生が無く、さらに切削屑の付着等の汚染が無く良好で、被着面への糊のこりは見られず、帯電防止機能も保持(表面抵抗: $2\times1.0^{-1.2}\Omega$ 、かつ帯電圧半減期:1.5 秒)されたアクリル板が得られた。すなわち、本比較例の粘着フィルム1.0 は、大型化が進行する光学・表示材料分野で使用されるレンズ用基板には好ましくない。

【0069】 【表1】

		実施例 1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
基材層 成分:重量比 (厚み)	外層	rPP 88	HDPE 80	HDPE 80	HDPE 80	HDPE 80
	成分:重量比		LDPE 20	LDPE 20	LDPE 20	LDPE 20
	(厚み)		$(8 \mu \text{ m})$	$(8 \mu \text{ m})$	$(8 \mu \text{ m})$	$(8 \mu \text{ m})$
		EB-A 10 HDPE 2	rPP 88	rPP 88	rPP 88	rPP 88
	中間層		EB-A 10	EB-A 10	EB-A 10	EB-A 10
	成分:重量比 (厚み)	$(42 \mu \text{ m})$	HDPE 2	HDPE 2	HDPE 2	HDPE 2
	(序み)		$(34 \mu \text{ m})$	$(60 \mu m)$	$(60 \mu m)$	$(34 \mu m)$
(厚み)	成分:重量比	(8 μ m)			iPEBR 72	sPER 100 (8 μ m)
			s PER 90	iPEBR 90	iPP 8	
			sPP 10	ļ	SIS 15	
			$(8 \mu m)$	$(12 \mu \text{ m})$		
					$(12 \mu \text{ m})$	
DSC	融解温度 Tm (℃)	126. 3	125.0	159. 9	159. 5	
	融解熱 Δ H (J/g)	7. 97	4. 37	12.3	10.2	<u>-</u>
貯蔵弾性率 G'	20℃	15	10	15	7. 5	5. 5
(Mpa)	50℃	15	10	15	7. 0	3.0
	80℃	10	8. 2	10	6. 2	0.1
損失係数 tan δ	20℃	0.14	0. 18	0. 10	0. 15	0.08
(-)	50℃	0.13	0.16	0. 15	0. 18	0. 15
	80℃	0.18	0. 20	0, 20	0. 20	0.40

[0070]

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
	Na <sup>+</sup>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	K <sup>+</sup>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	C1 <sup>-</sup>	0.04	0.04	0.04	0.05	0.04
	F-	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	NO <sub>3</sub>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	NO <sub>2</sub>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
イオン分析	PO <sub>4</sub> 3-	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
(ppm)	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	Fe <sup>2+</sup>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	Cu <sup>2+</sup>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	Cr³+	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	A1 <sup>3+</sup>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	Zn <sup>2+</sup>	0.04	0.04	0.05	0.05	0.04
	Ni <sup>2+</sup>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
粘着力	(N/25mm)	1.0	2. 2	4.0	5. 2	1.8
加熱加圧下の粘着力安定 性		0	0	0	0	×
耐薬品性	2 規定塩酸 (23℃)	0	0	0	0	0
	2 規定塩酸 (70℃)	0	0	0	0	0
	2 規定硫酸 (23℃)	0	0	0	. 0	0
	2 規定硫酸 (70℃)	0	0	0	0	0
	20wt%NaOHaq (23℃)	0	0	0	0	0
	20wt%NaOHaq (70℃)	0	0	0	0	0
	10wt%NH3aq (23℃)	0	0	0	0	0
	イソフ°ロハ°ノール (23℃)	0	0	0	0	0
	アセトン (23℃)	0	0	0	0	0

# $[0\ 0\ 7\ 1]$

表2より、実施例では、優れた粘着力を示し、さらに加熱加温下の粘着力の上昇無く、経 時後も易剥離性を有し、被着面への汚染も発生しないことがわかった。さらに、加温下の 酸やアルカリ、さらに有機溶剤に対する耐薬品性にも優れていることがわかった。

# 【産業上の利用可能性】

# [0072]

本発明の粘着フィルムは、性能や品質に対する要求が厳しい電子回路材料、半導体材料

、光学材料等の分野における表面保護用途、輸送又は保管用途、薬液処理用途、加熱処理 用途、研削又は研磨加工用途で、特に、高い耐熱性と糊残りの無い粘着特性、さらに薬品 安定性の全てを解決し得る粘着フィルムを提供することを可能にする。

[0073]

また、本発明の粘着フィルムは、PVC系粘着フィルムの環境問題を解決し得るオレフィン系材料からなる粘着フィルムを提供することを可能にする。

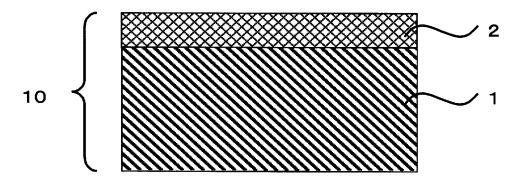
# 【図面の簡単な説明】

- $[0 \ 0 \ 7 \ 4]$ 
  - 【図1】本発明に係る粘着フィルムの概略断面図である。
  - 【図2】本発明に係る粘着フィルムの概略断面図である。
  - 【図3】本発明に係る粘着フィルムの概略断面図である。
  - 【図4】本発明に係る粘着フィルムの概略断面図である。
  - 【図5】本発明の粘着フィルムをロール状に巻き取った状態を示す斜視図である。
  - 【図6】本発明の粘着フィルムをロール状に巻き取った状態を示す別の斜視図である
  - 【図7】 s P E R / s P P = 8 0 / 2 0 の D S C 試験の測定チャートである。
  - 【図8】 s P E R / s P P = 9 0 / 1 0 の D S C 試験の測定チャートである。
  - 【図9】iPEBR/iPP=90/10のDSC試験の測定チャートである。
  - 【図10】比較例で用いたsPER=100のDSC試験の測定チャートである。
  - 【図11】sPER/sPP=80/20のTEM観察の写真である。

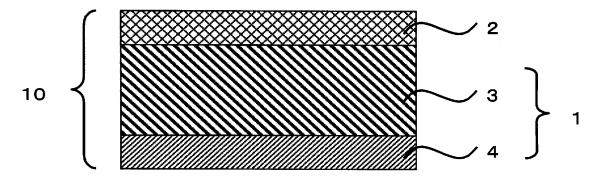
# 【符号の説明】

- [0075]
- 1 基材層
- 2 粘着層
- 3 中間層
- 4 外層
- 5 剥離フィルム
- 6 コア材
- 10 粘着フィルム

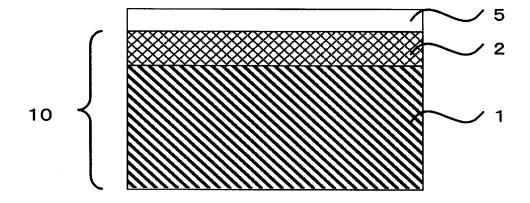
【書類名】図面【図1】



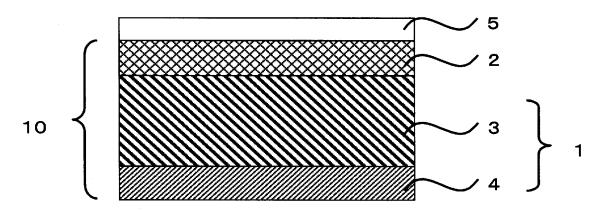
【図2】

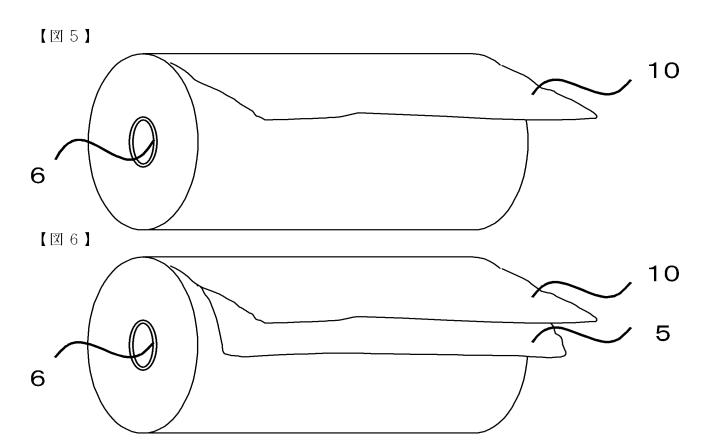


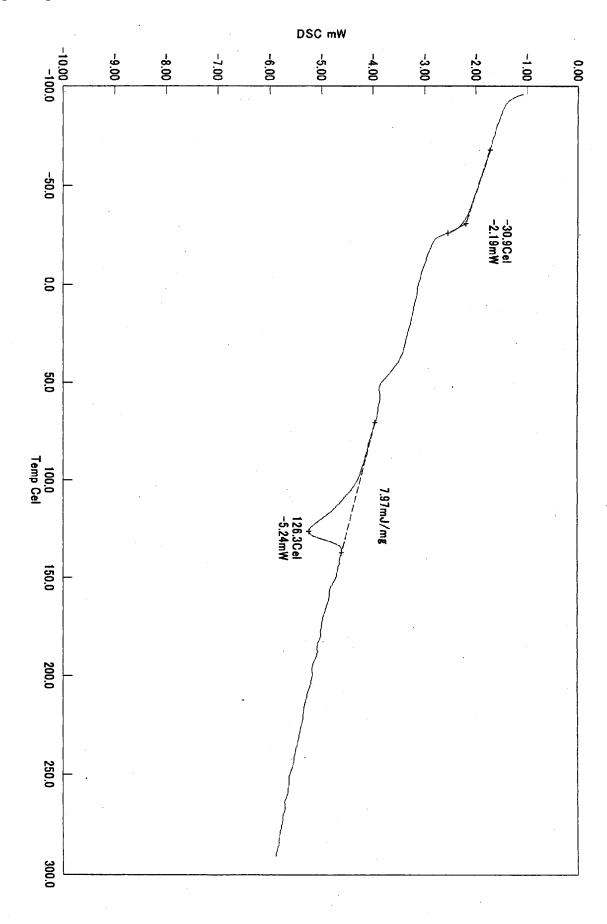
【図3】

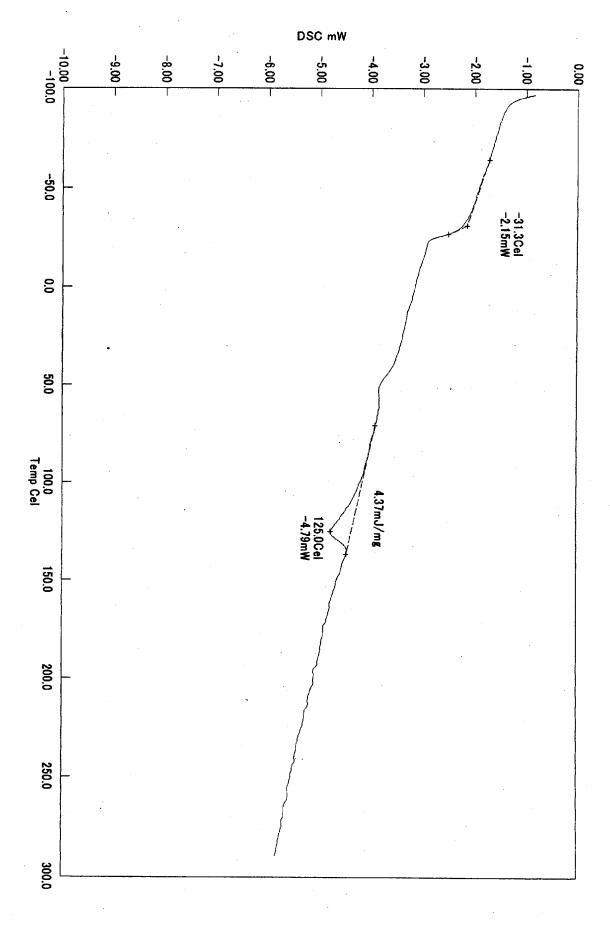


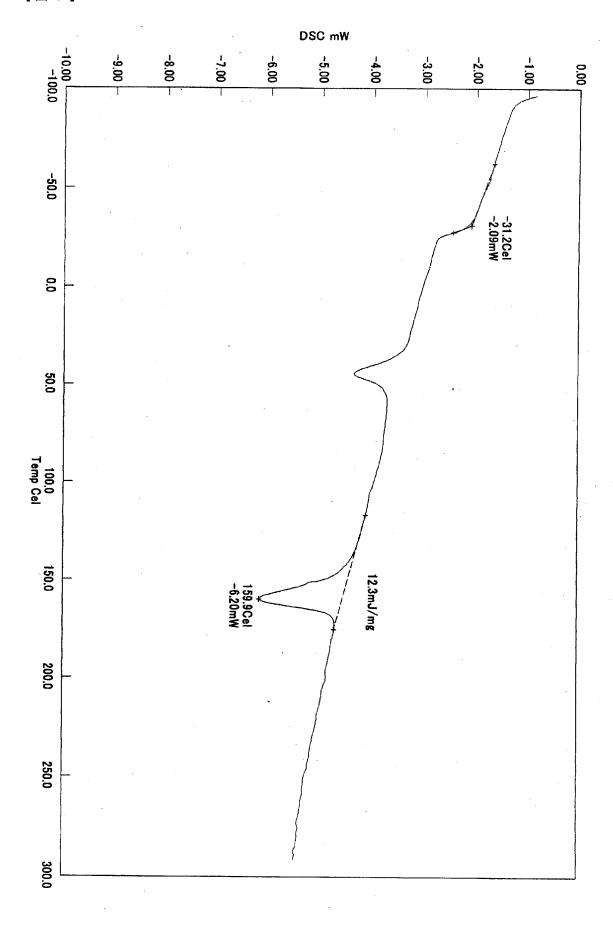


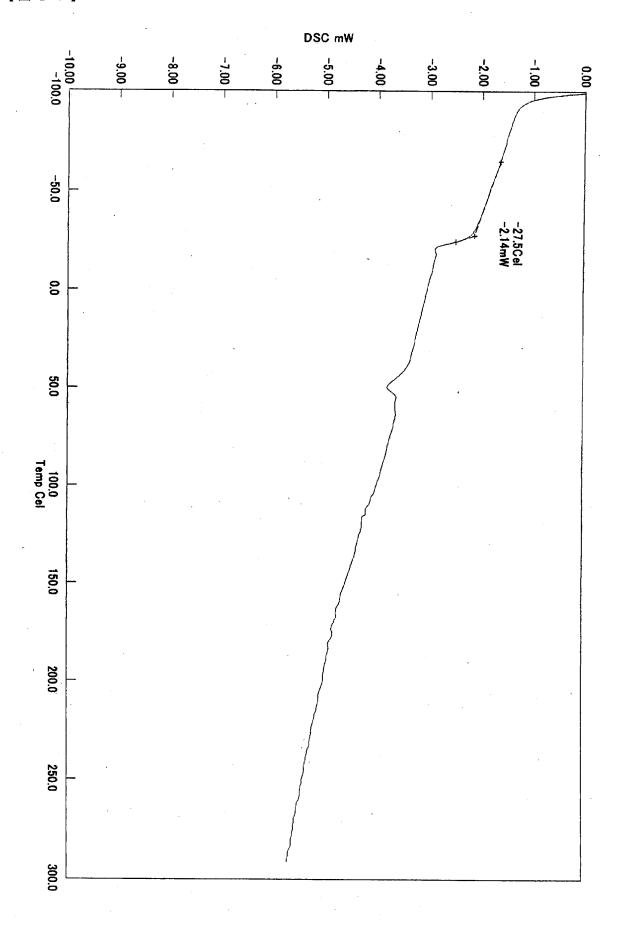


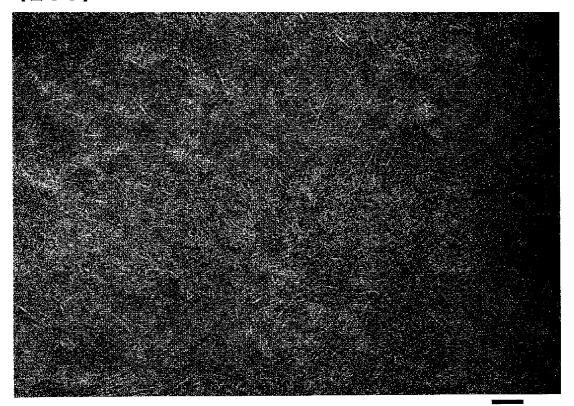












100nm

【書類名】要約書

# 【要約】

# 【課題】

本発明の粘着フィルムは、光や熱、さらに各種薬品にも優れた安定性を示すので、性能や品質に対する要求が厳しい電子・半導体材料、光学・表示材料等の分野において表面保護用途、輸送保管用途、加熱処理用途、研削研磨用途、切断加工用途、輸送保管用途に好適である。

#### 【解決手段】

基材層の少なくとも一面に粘着層が積層されている粘着フィルムであって、粘着層が、次の(a)~(c)によって特徴づけられる粘着フィルム、

(a) オレフィン系重合体を含有すること、

( b )示差走査熱量分析試験による測定において、融解温度Tmが $120\sim180$ Cの範囲に存在し、融解熱 $\Delta H$ が少なくとも1 J/g であること、

( c ) 粘弾性試験による測定において、  $20 \sim 80$   $\mathbb C$  の温度範囲における貯蔵弾性率 G' が 0 .  $1 \sim 50$  MP a の範囲にあり、  $20 \sim 80$   $\mathbb C$  の温度範囲における損失係数  $tan \delta$  が 少なくとも 0 . 1 であること。

【選択図】

図 1

# 出願人履歴

000000588720031104 住所変更

東京都港区東新橋一丁目5番2号 三井化学株式会社